ORD - 1992-03-31

- IC B21B21/00 ; B21C1/22 ; C22F1/18 ; G21C3/06
- FS = CPI; GMPI
- DC K05 M21 M29 P51
- AB J04099256 Process comprises applying Pilger tube-reducing to Zr alloy made prim. pipe and recrystallisation annealing, either once or a series of times; and, after final Pilger rolling, stretching at a redn. ratio of 1-15%, followed by strain-redn. annealing.
  - The strain annealing is pref, effected prior to the stretching at a redn. ratio of 1-15%. After strain-redn. annealing followed by 1-15% stretching, strain-redn. annealing is applied again. After final Pilger rolling, recrystallisation annealing is applied followed by 1-30% stretching.
  - USE/ADVANTAGE Provides Zr pipes for use as sheaths of nuclear reactor fuels, partic. improved in resistance against stress corrosion cracking. (Dwg.0/0)
- 4/4 (C) WPI / DERWENT
- AN 1992-157189 [19]
- AP JP19900212641 19900810
- PR JP19900212641 19900810
- TI Mfg. zirconium alloy sheath pipe with stress cracking resistance by Pilger tube rolling of zirconium alloy and stretching to specific area redn.
- IW MANUFACTURE ZIRCONIUM ALLOY SHEATH PIPE STRESS CRACK RESISTANCE PILGER TUBE ROLL ZIRCONIUM ALLOY STRETCH SPECIFIC AREA REDUCE
- PA (MITV ) MITSUBISHI MATERIALS CORP
- PN JP4099255 A 19920331 DW199219 004pp
- ORD 1992-03-31
- IC B21B21/00 ; B21C1/22 ; C22F1/18 ; G21C3/06
- FS CPI; GMPI; EPI
- DC K05 M21 M26 M28 P51 X14
- AB J04099255 Mfr. comprises applying Pilger tube-reducing to Zr alloy made prim. pipe and recrystallisation annealing, opt. several times; and, after effecting the final Pilger rolling, effecting strain reducing annealing to obtain the Zr alloy pipe, wherein, after the Pilger rolling, a stretching process at an area redn. ratio of 1-15% is applied, followed by recrystallisation annealing.
  - USE/ADVANTAGE Provides Zr pipes for use as sheaths of nucelar reactor fuels, partic. improved in resistance against SCC.
  - In an example, an extruded Zr alloy pipe contg. 1.5 wt.% Sn, 0.2 wt.% Fe, 0.1 wt.% Cr, and balance Zr, having an outer dia. of 3.4 inch and a thickness of 0.6 inch, was subjected to a first Pilger rolling, followed by stretching to a redn. ratio of 9.9%, and then recrystallised. The Pilger rolling followed by recrystallisation was repeated twice more, to obtain a Zr pipe having excellent resistance against SCC. (Dwg.0/0)

Search statement 6

The Dese Brank homes

.

#### 平4-99255 ⑫ 公 開 特 許 公 報(A)

®Int. Cl. 5

識別記号

庁内整理番号

**43**公開 平成 4年(1992) 3月31日

C 22 F B 21 B B 21 C G 21 C 1/18 21/00 1/22 3/06

E, 8015-4K 8617-4E 7217-4E

> 3/06 7156-2G G 21 C

> > 審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

耐応力腐食割れ性に優れたジルコニウム合金被覆管の製造法 60発明の名称

> 類 平2-212641 20特

願 平2(1990)8月10日 @出

@ 発明 者 前 劵 治 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究

所内

明 者 部 @発 磯

埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究 毅

所内

三菱マテリアル株式会 の出 頣

東京都千代田区大手町1丁目6番1号

社

個代 理 人 弁理士 富田 和夫 外1名

明

## 1. 発明の名称

耐応力腐食割れ性に優れたジルコニウム 合金被覆管の製造法

### 2. 特許請求の範囲

(1) ジルコニウム合金素管に、ピルガー圧延およ び再結晶焼鈍をそれぞれ1回または複数回繰返し 施したのち、最終ピルガー圧延および歪取り焼鈍 することによりジルコニウム合金被覆管を製造す る工程において、

上記ピルガー圧延に続いて外径減少率:1~15 %の引張り加工を施したのち再結晶焼鈍する工程 を少なくとも1回含む

ことを特徴とする耐応力腐食割れ性に優れたジル コニウム合金被覆管の製造法。

### 3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

この発明は、原子炉燃料の被覆管として用いた 場合に、優れた耐応力腐食割れ性を示すジルコニ ウム (以下、 2 r で示す。) 合金被覆管の製造法 に関するものである。

### [従来の技術]

一般に、原子炉燃料の被覆管としてZr合金被 覆管が用いられることはよく知られている。上記 2 r 合金被覆管を製造するための 2 r 合金は、 JIS規格のH4751に規定されているジルカロイ 2またはジルカロイ4が用いられ、そのなかでも 加圧水型原子炉の燃料用2r合金被覆管としては 特にジルカロイ4が用いられている。

上記Zr合金被覆管は、押出し成形して得られ た肉厚のZr合金素管をピルガー圧延および再結 晶焼鈍をそれぞれ1回または複数回繰返し施した のち、最終ピルガー圧延および歪取り焼鈍するこ とにより製造され、上記ピルガー圧延は冷間圧延 で行われ、上記再結晶焼鈍は真空雰囲気中、 温度530~760℃で行われ、最後の歪取り焼鈍は 430~490℃で行われる。

このようにして得られた 2 r 合金被優管には、原子炉燃料ペレットが充填され、原子炉燃料集合体に組立てられ、炉心に挿入されて使用される [これらの点については、社団法人, 日本金属学会編「改訂5版 金属便覧」平成2年3月31日, 丸善株式会社発行、812~815参照)。

## (発明が解決しようとする課題)

しかし、最近、電力供給源として原子力発電の 比重が高まるにつれて原子力発電の高効率化が求 められ、原子炉燃料集合体の炉内滞在時間の長期 化、原子炉燃料の高燃焼度化、および原子炉の負 荷退従運転等が実施され、それに伴って、原子炉 燃料ペレットと2r 合金被覆管との相互作用によ る被覆管の応力腐食割れを起す可能性が高くなる などの課題があった。

#### (課題を解決するための手段)

そこで、本発明者らは、かかる課題を解決し、 従来よりもさらに耐応力腐食割れ性に優れた2r 合金被覆管を製造すべく研究を行った結果、

上記ピルガー圧延および再結晶焼鈍をそれぞれ

少率が1%未満では耐応力腐食割れ性向上に効果がなく、一方、外径減少率が15%を越えると局部 変形を起こすので好ましくないことによるもので ある。

## (実 施 例)

つぎに、この発明を、実施例にもとづいて具体 的に説明する。

外径:3.4インチ (86.4mm)、肉厚:0.6インチ (15.2mm)の寸法を有し、

Sn:1.5重量%、 Fe:0.2重量%、

Cr:0.1重量%、

を含有し、残りが Zr および不可避不純物からなる組成の Zr 合金押出し素管を用意した。

## 実施例1~4および比較例1~2

上記押出し素管を第1ピルガー圧延し、続いて第1表に示される外径減少率となるように引張り加工したのち、真空雰囲気中で第1再結晶焼鈍を施し、ついで、第2ピルガー圧延および真空雰囲気中で第2再結晶焼鈍、並びに第3ピルガー圧延および真空雰囲気中で第3再結晶焼鈍を施したの

1回または複数回報返す 2 r 合金被覆管の製造工程において、上記ピルガー圧延に続いて外径減少率: 1~15%の引張り加工を施したのち再結晶焼鈍する工程を少なくとも1回含むことにより従来よりもさら、に耐応力腐食割れ性に優れた 2 r 合金被覆管を得ることができるという知見を得たのである。

この発明は、かかる知見に基づいて成されたも のであって、

2 r 合金素管に、ピルガー圧延および再結晶焼 鈍をそれぞれ1回または複数回線返し施したのち、 最終ピルガー圧延および歪取り焼鈍することによ り 2 r 合金被覆管を製造する工程において、上記 ピルガー圧延に続いて外径減少率:1~15%の引 張り加工を施したのち再結晶焼鈍する工程を少な くとも1回含む、耐応力腐食割れ性に優れた2 r 合金被覆管の製造法に特徴を有するものである。

この発明の耐応力腐食割れ性に優れた Zr 合金 被覆管の製造法において、上記引張り加工による 外径減少率を 1~15%に限定した理由は、外径減

ち、最終ピルガー圧延および真空雰囲気中で歪取り焼鈍を施すことにより外径:0.374インチ(9.5mm)、肉厚:0.022インチ(0.57mm)の寸法を有する実施例1~4および比較例1~2の2r合金被覆管を製造した。

### 実施例5~8および比較例3~4

上記押出し業管を第1ピルガー圧延したのち、 真空雰囲気中で第1再結晶焼鈍して外径:2.5インチ (63.5 mm)、肉厚:0.43インチ (10.9 mm)の寸 法を有する中間素管を製造し、この中間素管を製造し、この中間素管を製造し、この中間素管を製造し、この中間素管を外径 は少率となるように引張り加工したのち、真空雰囲気中で第2再結晶焼鈍し、さらに第3ピルガー 圧延および真空雰囲気中で第3再結晶焼鈍を施したのち、最終ピルガー圧延および真空雰囲気中で 定取り焼鈍することにより外径:0.374インチ(9.5 mm)、肉厚:0.022インチ (0.57 mm)の寸法を有する実施例5~8および比較例3~4の2 r 合金被 電管を製造した。 従来例

上記押出し業管を、先ず第1ピルガー圧延したのち真空雰囲気中の第1再結晶焼鈍を施し、さらにピルガー圧延および真空雰囲気中で再結晶焼鈍をそれぞれ2回づつ施したのち、最終ピルガー圧延および真空雰囲気中で歪取り焼鈍することにより、外径:0.374インチ(9.5mm)、肉厚:0.022インチ(0.57mm)の寸法を有する従来例の2r合金被扱管を製造した。

上記実施例1~8、比較例1~4および従来例の製造工程を第1表に示す。第1表に示された上記実施例1~8、比較例1~4および従来例の製造方法で作製された2ヶ合金被覆管を 360℃に保持し、腐食性ガスとしてヨウ素ガスを濃度:6.0g/cdとなるように充填し、さらにアルゴンガスにより内側から応力:28.1㎏/udで加圧した状態に保持し、破損に至るまでの時間を測定する耐応力腐食割れ試験を実施し、それらの測定結果をそれぞれ第1表に示した。

第1表に示される結果から、実施例1~8の

			引張り加工による	Zr 合金被覆管の応力
種名	ij	2 r 合金被覆管の製造工程	Zr合金管の	腐食割れ試験による破損
			外径減少率 (%)	までの時間(hr)
実施例	1		1.5	14.1
	2	(押出し条管)→第1ピルガー圧延→ 引張り加工 →第1再結晶焼鈍 →	4.9	17.8
	3	─ 第3ピルガー圧延←第2再結晶焼鈍←第2ピルガー圧延←	9.9	19.2
	4	→ 第3再結晶焼純→最終ピルガー圧延→歪取り焼純→(2r 合金被覆管)	14.3	18.9
比較例	1		0.6**	10.4
	2	·	17.0**	試料破断のため試験せず
実施例	5		1.7	16.5
	6	(押出し素管)→第1ピルガー圧延→第1再結晶焼鈍→第2ピルガー圧延 一	5.2	23.2
	7	─第3再結晶焼純一第3ピルガー圧延一第2再結晶焼純一 引張り加工 ←	9.7	27.7
	8	→最終ピルガー圧延→歪取り焼飩→ (Zr 合金被覆管)	13.9	27.2
比較例	3	·	0.7*	11.6
	4		16.8	試料破断のため試験せず
従来例		押 出 し 衆 管→第1ビルガー圧延→第 1 再結晶焼鈍→ビルガー圧延→	_	10.5
		Zr合金被覆管一歪取り焼鈍ー最終ピルガー圧延ー(繰り返し)←再結晶焼鈍▽		

(※印は、この発明の条件から外れた値を示す)

1 表

第

# 特開平4-99255 (4)

製造方法で作製された 2 r 合金被覆管は、いずれも従来例の製造方法で作製された 2 r 合金被覆管と比べて、耐応力腐食割れ性が優れており、またこの発明の条件から外れた条件で行われる比較例1~4の製造方法で製造された 2 r 合金被覆管(第1表において、この発明の条件から外れた条件には、※印を付して示した。)は、耐応力腐食

## 〔発明の効果〕

割れ性が劣ることがわかる。

上述のように、この発明によると、最近の原子 力発電の効率化による原子炉燃料集合体の炉内滞 在時間の長期化、原子炉燃料の高燃焼度化、およ び原子炉の負荷追従運転等に対して、応力腐食割 れを起す可能性が少なく、長期にわたって続けて 運転操業できることができる2 r 合金被覆管を提 供することができる。

出 願 人 : 三 妻 金 属 株 式 会 社

代理人: 富田和夫 外1名

補正の内容

(1) 明報書第2頁第14行に、 「 肉厚の Z r 合金素管を J とあるを、 「 Z r 合金素管に J に補正する。

(2) 明細器第7頁第15行に、
「 g / αi」
とあるを、
「 喝 / αi」
に補正する。

以上

# 手 統 補 正 書(自発す ~

平成 2年10月26日

特許庁長官殿

- 1. \* 事件の表示 ・ 特願平2-212641号
- 2 発明の名称 耐応力腐食割れ性に優れたジルコニウム 合金被覆管の製造法
- 3. 補正をする者事件との関係 特許出顧人住所 東京都千代田区大手町一丁目5番2号氏名(名称) (626) 三菱金属株式会社代表者 永野健
- 4. 代 理 人 住所 東京都千代田区神田錦町一丁目23番地 宗保第二ビル8階

〒 101 電話 (03) 233-1676・1677 氏名 弁理士 (7667) 富 田 和 夫 (外1名)

- 5. 拒絶理由通知の日付 自 発
- 6. 補正の対象 明細書の「発明の詳細な説明」の概念
- 7. 補正の内容 別紙の通り